

〔19〕中华人民共和国专利局

〔11〕公开号 CN 1063907A



# 〔12〕发明专利申请公开说明书

〔21〕 申请号 91100649.4

〔51〕 Int.Cl<sup>5</sup>  
C23C 14/16

〔43〕 公开日 1992年8月26日

〔22〕申请日 91.1.29

〔71〕申请人 大连理工大学

地址 116024 辽宁省大连市凌水河

共同申请人 大连发电总厂

〔72〕发明人 赵 超 李桂芹 汪国强

朱晓波 张殿富 李松平

〔74〕专利代理机构 大连市专利服务中心

代理人 郭丽华

C23C 14/34 F28F 13/04

F28F 19/06

说明书页数: 4 附图页数:

〔54〕发明名称 一种滴状冷凝金属材料的制备方法

〔57〕摘要

一种滴状冷凝金属材料的制备方法,它是将烷烃及沉积于表面的铂金属层强化固溶于黄铜基体中,形成具有滴状冷凝作用的 Cu-Cr-烷烃的合金层。其离子镀膜是在氢气分压为  $1 \sim 1.5 \times 10^{-2}$  mmHg, 烷烃气体分压为  $1 \sim 1.5 \times 10^{-2}$  mmHg, 向待镀工件施加 1500~2000V 电压, 0.1~0.3A 电流, 同时使铂靶处于 500~600V 电压 10~15A 电流条件下镀膜 15~40 秒。离子溅射是在氢气分压为  $2 \sim 3 \times 10^{-2}$  mmHg, 待镀工件电压 1500~2000V、电流 0.1~0.3A 时, 溅射 10~15 分钟。

<25>

(BJ)第1456号

## 权 利 要 求 书

1. 一种用于水蒸汽或其它蒸汽冷凝的滴状冷凝金属材料的制备方法，其特征在于：

a、对黄铜待镀工件表面进行抛光处理使之光洁度达到 $\nabla 10$ ，再用丙酮清洗，然后放入磁控溅射离子镀炉内；

b、氩离子溅射清洗，在炉内其空度为 $4\sim 8\times 10^{-5}$  mmHg下充入氩气，使其分压为 $6\sim 8\times 10^{-3}$  mmHg，向待镀工件施加1500~2000V电压和0.1~0.3A电流进行氩离子溅射5~10分钟；

c、离子镀膜是在氩气分压为 $1\sim 1.5\times 10^{-2}$  mmHg，烷烃气体分压为 $1\sim 1.5\times 10^{-2}$  mmHg，向待镀工件施加1500~2000V电压，0.1~0.3A电流，同时使铬靶处于500~600V电压，10~15A电流条件下镀膜15~40秒；

d、离子溅射是在氩气分压为 $2\sim 3\times 10^{-2}$  mmHg，待镀工件电压1500~2000V，电流0.1~0.3A时溅射10~15分钟。

2. 根据权利要求1所述的一种滴状冷凝金属材料的制备方法，其特征在于：氩离子溅射清洗，在炉内真空度为 $5\times 10^{-5}$  mmHg下充入氩气，使其分压为 $7\times 10^{-3}$  mmHg，向待镀工件施加2000V电压和0.1A电流进行氩离子溅射清洗5分钟；离子镀膜是在氩气分压为 $1.2\times 10^{-2}$  mmHg，烷烃气体分压为 $1.5\times 10^{-2}$  mmHg，向待镀工件施加1500~2000V电压和0.1A电流，同时铬靶处于600V电压，电流15A条件下镀膜30秒；离子溅射是在氩气分压为 $3\times 10^{-2}$  mmHg，待镀工件电压2000V，电流0.1A时溅射10分钟。

3. 根据权利要求1所述的一种滴状冷凝金属材料的制备方法，其特征在于：烷烃为乙烷。

# 说明书

## 一种滴状冷凝金属材料的制备方法

本发明涉及一种用于水蒸汽或其它蒸汽冷凝的材料，特别是金属表面具有低表面能合金层的材料。

目前在金属表面实现滴状冷凝的方法主要有如下几种：其一是在金属表面涂覆有机促进剂(J.P58171466)；其二是在金属表面涂覆某些无机物[Erb, R.A & Thelen, E. Dropwise condensation characteristics of permanent hydrophobic systems, U.S. Department of Interior, Office of saline water, R & D Report, NO.184 (1966)]，其三是在金属表面镀聚合物薄膜(J.P.58133875)；其四是在金属表面电镀金、银、铬等金属[Finnicum, S.S. & Westwater, J.W., Int. J. Heat Mass Transfer, Vol.32, NO.8, PP.1541—1549 (1989)]；其五是用钽、锆及其合金作滴状冷凝表面(U.S. —2248909)。上述几种方法虽能够在金属表面上实现水蒸汽滴状冷凝，但都存在不同的缺陷，如涂覆有机或无机促进剂有污染冷凝液，使用寿命短和腐蚀金属表面等问题；镀聚合物薄膜附加热阻大；电镀金、银等贵金属成本昂贵；铬虽不是贵金属，但在电镀铬表面上维持水蒸汽滴状冷凝时间较短，一般为几百小时，最长也只有几千小时；钽、锆价格较高，而且导热性能较差；基于上述原因水蒸汽滴状冷凝至今未能实现工业化应用。特别强调的是在工业生产中为了防止给水系统凝结水系统的腐蚀，在产生水蒸汽的锅炉中加有微量的氨，其浓度为0.7~1.0mg/l，实验表明在电镀或离子镀铬等金属表面上，在钽和锆金属表面上均不能形成滴状冷凝，在离子镀乙炔表面上仅维持几个小时的滴状冷凝后便转化成膜状冷凝。

鉴于上述现有技术中的不足之处本发明的目的在于提供一种能对水蒸汽和含微量氨的水蒸汽实现长久滴状冷凝的工业化金属材料的制备方法。

本发明的目的可通过以下措施来实现：一种用于水蒸汽或其它蒸汽冷凝的滴状冷凝金属材料的制备方法，其特征在于：

a、对黄铜待镀工件表面进行抛光处理使之光洁度达到 $\nabla 10$ ，再用丙酮清洗，然后放入磁控溅射离子镀炉内；

b、氩离子溅射清洗，在炉内真空度为 $4\sim 8 \times 10^{-5} \text{ mmHg}$ 下充入氩气，使其分压为 $6\sim 8 \times 10^{-3} \text{ mmHg}$ ，向待镀工件施加 $1500\sim 2000\text{V}$ 电压和 $0.1\sim 0.3\text{A}$ 电流，进行氩离子溅射 $5\sim 10$ 分钟；

c、离子镀膜是在氩气分压为 $1\sim 1.5 \times 10^{-2} \text{ mmHg}$ ，烷烃气体分压为 $1\sim 1.5 \times 10^{-2} \text{ mmHg}$ ，向待镀工件施加 $1500\sim 2000\text{V}$ 电压， $0.1\sim 0.3\text{A}$ 电流，同时使铬靶处于 $500\sim 600\text{V}$ 电压， $10\sim 15\text{A}$ 电流条件下镀膜 $15\sim 40$ 秒；

d、离子溅射是在氩气分压为 $2\sim 3 \times 10^{-2} \text{ mmHg}$ ，待镀工件电压 $1500\sim 2000\text{V}$ ，电流 $0.1\sim 0.3\text{A}$ 时溅射 $10\sim 15$ 分钟。

本发明的方法是采用磁控溅射离子镀技术，即采用磁控溅射和离子镀渗相结合技术，使烷烃及沉积于表面的铬金属层强化固溶于黄铜基体中，形成 $\text{Cu--Cr--烷烃}$ 的合金层。此种特殊合金层具有滴状冷凝作用。

本发明方法的流程简述如下：

待镀工件 $\rightarrow$ 抛光是处理 $\rightarrow$ 氩离子溅射清洗 $\rightarrow$ 离子镀膜 $\rightarrow$ 离子溅射 $\rightarrow \text{Cu--Cr--烷烃}$ 合金层

本发明的制备方法首先是对待镀材料进行予处理。先对黄铜基体待镀表面进行抛光处理，使之光洁度达到 $\nabla 10$ ，再用丙酮清洗，待表面干燥后将该待镀工件放入磁控溅射离子镀炉内。镀膜工艺包括有：- 氩离子溅射清洗，离子镀膜和离子溅射。氩离子溅射清洗是在磁控溅射离子镀炉内进行的，该炉内要具有一定的真空度，若

真空度太低，使氩气中混有其它少量气体，则工作气体不纯会影响清洗效果。为此要求炉内的真空度越高越好，但是真空度越高相应地会给制造工艺，生产成本带来一系列的弊端，为此选择适当的真空度如 $4-8 \times 10^{-3} \text{ mmHg}$ 即可满足要求。在上述真空度下充入氩气，使之分压在 $6-8 \times 10^{-3} \text{ mmHg}$ 。对一般磁控溅射离子镀设备就可以起弧。在上述条件下向待镀工件施加1500~2000V电压和相应的0.1~0.3A的电流进行氩离子溅射清洗，即可满足清洗要求。氩离子溅射清洗的时间要根据待镀工件表面的清洗程度来确定，一般5~10分钟即可清洗干净达到镀膜的要求。离子镀膜需使待镀工件处于工作气体氩气分压为 $1-1.5 \times 10^{-2} \text{ mmHg}$ ，烷烃气体分压为 $1-1.5 \times 10^{-2} \text{ mmHg}$ 的磁控溅射离子镀炉内。上述的烷烃为低碳烷烃如甲烷、乙烷、丙烷等，其中最好是乙烷，其主要是吸附能力强。向待镀工件施加1500~2000V电压，0.1~0.3A电流的同时向铬靶施加500~600V电压及相应的10~15A电流进行镀膜。当负偏压，即工件电压太低时，膜层与金属基体结合牢度较差，不易形成合金层。当负偏压为1500~2000V时，足可以满足要求，使其形成合金层。镀膜的时间过长沉积在基体表面的铬层较厚，不易形成铬膜合金层；镀膜时间过短沉积在基体表面的铬较少，合金层厚度太薄，满足不了实际需要，即5000~10000Å的要求。对不同的磁控溅射离子镀膜机，镀膜时间有些差别，镀膜时间一般选择15~40秒。离子溅射是将沉积在基体表面的铬及烷烃（已形成部分合金层）通过工作气体的离子溅射使之进一步强化固溶在黄铜基体中，其在氩气分压为 $2-3 \times 10^{-2} \text{ mmHg}$ ，待镀工件电压为1500~2000V电流0.1~0.3A时溅射10~15分钟，即可在黄铜基体上得到厚度为5000~10000Å的Cu—Cr—烷烃的合金层，其外观为具有金属光泽的银白色。

本发明的方法制备的合金层不存在污染、腐蚀问题。热阻小、导热性好，能使水蒸汽或含微量氨的水蒸汽实现长久稳定的滴状冷凝。提高换热效率一倍，因此使具有同样工作负荷的换热器体积减小一半，节省原材料，减小占地面积。寿命实验

已超过两年目前仍处在良好运行状态。

#### · 实施例1

将 $\Phi 16 \times 1 \times 3200$ 黄铜管外表面进行抛光使其光洁度为 10。再用丙酮清洗。然后将铜管放入长筒空心阴极内壁磁控溅射离子镀膜炉内。在炉内真空度为 $5 \times 10^{-3}$  mmHg下充入氩气，使其分压为 $7 \times 10^{-3}$  mmHg，再在铜管电压2000V，电流0.3A下进行氩离子溅射清洗5分钟，在氩气分压 $1.2 \times 10^{-2}$  mmHg，乙烷气体分压 $1.5 \times 10^{-2}$  mmHg，铜管电压2000V，电流0.1A，铬靶电压600V、电流15A条件下镀膜30秒，然后氩气分压为 $3 \times 10^{-2}$  mmHg、铜管电压2000V、电流0.1A时溅射10分钟，这样在铜管外表层便附有一层外观为银白色的具有金属光泽的Cu--Cr-- $C_2H_6$ 合金层，其厚度为8000A。

#### 实施例2

重复例1中对待镀 $\Phi 16 \times 1 \times 200$ 黄铜管的予处理之后，在同轴磁控溅射离子镀膜炉内真空度为 $7 \times 10^{-3}$  mmHg下充入氩气，使其分压为 $8 \times 10^{-3}$  mmHg，再在铜管电压1500V，电流0.3A下进行氩离子溅射清洗10分钟，在氩气分压 $1.5 \times 10^{-2}$  mmHg，甲烷气体分压 $1.0 \times 10^{-2}$  mmHg，铜管电压1500V电流0.3A铬靶电压500V电流10A条件下镀膜15秒，然后在氩气分压为 $2 \times 10^{-2}$  mmHg铜管电压1500V电流0.3A溅射15分钟，这样在铜管外表层便附有一层外观为银白色的具有金属光泽的Cu--Cr-- $CH_4$ 合金层，其厚度为5000A。

#### 实施例3

重复例1中对待镀 $\Phi 16 \times 1 \times 200$ 黄铜管的予处理之后，在同轴磁控溅射离子镀膜炉内真空度为 $4 \times 10^{-3}$  mmHg下充入氩气，使其分压为 $6 \times 10^{-3}$  mmHg，再在铜管电压1800V电流0.2A下进行氩离子溅射清洗7分钟，在氩气分压 $1.0 \times 10^{-2}$  mmHg，乙烷气体分压 $1.5 \times 10^{-2}$  mmHg，铜管电压1800V，电流0.2A，铬靶电压550V，电流12A条件下镀膜40秒，然后在氩气分压为 $2.5 \times 10^{-2}$  mmHg，铜管电压1800V，电流0.2A溅射12分钟，这样在铜管的外表层便附有一层外观为银白色的具有金属光泽的Cu--Cr-- $C_2H_6$ 合金层，其厚度为10000A。